

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-100255

(43) 公開日 平成8年(1996)4月16日

| | | | | |
|---------------------------|------|---------|-----------------|------------|
| (51) Int.Cl. ⁸ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
| C 2 3 C 14/34 | A | 8939-4K | | |
| C 2 2 C 21/00 | N | | | |
| H 0 1 L 29/40 | Z | | | |
| 29/43 | | | | |
| | | | H 0 1 L 29/ 46 | R |
| | | | 審査請求 未請求 請求項の数1 | FD (全 7 頁) |

(21) 出願番号 特願平6-261229

(22) 出願日 平成6年(1994)9月30日

(71) 出願人 000006264

三菱マテリアル株式会社

東京都千代田区大手町1丁目5番1号

(72) 発明者 木下 真

兵庫県三田市テクノパーク12-6 三菱マ

テリアル株式会社三田工場内

(74) 代理人 弁理士 宮田 和夫 (外1名)

(54) 【発明の名称】 薄膜トランジスタの薄膜形成用スパッタリングターゲット材

(57) 【要約】

【目的】 パーティクル数が少なく、かつ合金成分含有量の経時的バラツキが小さい薄膜の形成が可能な薄膜トランジスタの薄膜形成用スパッタリングターゲット材を提供する。

【構成】 スパッタリングターゲット材が、Nb, V, Ti, Zr, Ni, Pt、およびWからなる合金成分のうちの1種または2種以上：1～20重量%を含有し、残りがAlと不可避不純物からなる組成、並びに平均粒径：30 μm以下のAlと上記合金成分との金属間化合物が素地に分散し、かつ素地の平均結晶粒径が30 μm以下の再結晶組織を有する。

EL465855441

【特許請求の範囲】

【請求項1】 Nb, V, Ti, Zr, Ni, Pt, およびWからなる合金成分のうちの1種または2種以上: 1~20重量%, を含有し、残りがAlと不可避不純物からなる組成、並びに平均粒径: 30 μ m以下のAlと前記合金成分との金属間化合物が素地に分散し、かつ素地の平均結晶粒径が30 μ m以下の再結晶組織を有することを特徴とする薄膜トランジスタの薄膜形成用スパッタリングターゲット材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、薄膜トランジスタの薄膜をスパッタリング法により形成するに際して、パーティクルの発生数が少なく、かつ合金成分含有量の経時的バラツキも小さい薄膜の形成が可能なターゲット材に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来、一般に、例えば特開平4-99171号公報、特開平6-25773号公報、および特開平4-323871号公報に記載されるように、薄膜トランジスタの薄膜をスパッタリング法により形成するに際して、ターゲット材として、Nb, V, Ti, Zr, Ni, Pt, およびWからなる合金成分のうちの1種または2種以上: 1~20重量%を含有し、残りがAlと不可避不純物からなる組成を有するターゲット材が用いられ、このターゲット材が、前記組成のAl合金を真空溶解し、水冷鋳型に鋳造してインゴットとし、このインゴットを切削などにて所定形状の板材に加工することにより製造されることは良く知られるところである。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 一方、近年のスパッタリング技術の進歩はめざましく、これに伴ない、成膜速度は高速化し、かつ成膜面積は拡大化する方向にあるが、上記の従来ターゲット材は、Alと合金成分で構成される金属間化合物の粒径が20~100 μ mの範囲に亘ってバラツキ、素地の結晶粒径も粗く、不均一であり、さらにピンホールや樹脂状組織も残存する鋳造組織をもつものであることから、これを高速成膜および拡大成膜面積の条件下で使用すると、前記鋳造組織が原因で、成膜中にパーティクルが発生し易くなるばかりでなく、成膜中の合金成分含有量が経時的にバラツキようになるのを避けることができないのが現状である。

【0004】

【課題を解決するための手段】 そこで、本発明者等は、上述のような従来ターゲット材のもつ問題点を解決すべく研究を行なった結果、上記従来ターゲット材と同じ組成のAl合金インゴットに熱間圧延を施して所定形状の板材とし、ついで前記板材に再結晶化熱処理を施すと、この結果の板材においては、前記熱間圧延によって素地に分散する金属間化合物が微細整粒化されて、平均粒径

で30 μ m以下となるばかりでなく、樹枝状組織が破壊され、かつピンホールも消滅し、さらに前記再結晶化熱処理によって素地の結晶粒が整粒にして、平均粒径で30 μ m以下の細粒となることから、これをスパッタリングターゲット材として用いると、薄膜中のパーティクル数が激減すると共に、成膜中の合金成分含有量の経時的バラツキが著しく小さなものとなるという研究結果を得たのである。

【0005】 この発明は、上記の研究結果にもとづいてなされたものであって、Nb, V, Ti, Zr, Ni, Pt, およびWからなる合金成分のうちの1種または2種以上: 1~20重量%を含有し、残りがAlと不可避不純物からなる組成、並びに平均粒径: 30 μ m以下のAlと前記合金成分との金属間化合物が素地に分散し、かつ素地の平均結晶粒径が30 μ m以下の再結晶組織を有する、薄膜トランジスタの薄膜形成用スパッタリングターゲット材に特徴を有するものである。

【0006】 なお、この発明のターゲット材において、合金成分の含有量を1~20重量%と定めたのは、その含有量が1重量%未満では、合金成分によって薄膜にもたらされる耐ストレスマイグレーション性および耐食性の向上に所望の効果が得られず、一方その含有量が20重量%を越えると、薄膜の電気抵抗が急激に増大するようになるという理由によるものであり、また、金属間化合物の平均粒径に関し、熱間圧延を金属間化合物の平均粒径が30 μ m以下になるまで行なわないと、ピンホールの消滅および樹枝状組織の破壊が不十分であることと相まって、成膜中のパーティクルの発生および合金成分の経時的バラツキを抑制することができず、このことは素地の平均結晶粒径が30 μ mを越えた場合にも同じく見られることから、金属間化合物の平均粒径および素地の平均結晶粒径をそれぞれ30 μ m以下と定めたのである。

【0007】

【実施例】 つぎに、この発明のスパッタリングターゲット材を実施例により具体的に説明する。真空度を 1×10^{-4} Torr以下とした真空溶解炉で表1~3に示される組成のAl合金溶湯を溶製し、鉄製鋳型に鋳造して平面寸法: 200mm \times 200mm、厚さ: 40mmのインゴットとし、このインゴットに、大気中、550~600 $^{\circ}$ Cの範囲内の所定温度に加熱後、5パスの圧延を1サイクルとし、これを3回繰り返す熱間圧延を施して、厚さ: 8mmの圧延板とし、引続いてこの圧延板に、大気中、450~600 $^{\circ}$ Cの範囲内の所定温度に1時間保持の再結晶化熱処理を施し、最終的に切削加工にて幅: 300mm \times 厚さ: 5mm \times 長さ: 600mmの寸法に仕上げることににより本発明ターゲット材1~30をそれぞれ製造した。また、比較の目的で、表4に示される通り、水冷銅鋳型を用いてインゴットとし、このインゴットの寸法を幅: 315mm \times 厚さ: 8mm \times 長さ: 620mmとすると共に、熱

間圧延および再結晶化熱処理を行わずに、前記インゴットを最終寸法に仕上げる以外は同一の条件で従来ターゲット材1~10をそれぞれ製造した。

【0008】について、この結果得られた各種のターゲット材について、それぞれのターゲット材の任意5ヶ所の組織を観察し、金属間化合物と素地の結晶粒の最大粒径と最小粒径を測定し、さらに平均粒径も求めた。これらの結果を表5~8に示した。また、これらの各種のターゲット材を、それぞれ純Inはんだを用い、大気中、温度：180℃に20分間保持の条件で無酸素銅製バック

10

ングプレートにはんだ付けした状態で、直流マグネトロンスパッタリング装置に装入し、真空度： 2×10^{-4} to*

*rrを保持しながら、5ml/minのAr気流中、10KWの出力でスパッタリングを行ない、直径：100mmのガラス基板表面への厚さ：1500オングストロームの薄膜形成を10回行なった。この結果得られた10枚の薄膜のそれぞれについて、パーティクルカウンタを用い、直径：0.5μm以上の粗大パーティクル数を測定し、さらに薄膜中心部の合金成分含有量を測定した。この測定結果を表5~8に平均値で示すと共に、合金成分含有量については最高値および最低値も示した。

【0009】

【表1】

| 種別 | | 成分組成 (重量%) | | | | | | | | 熱間圧延の有無 | 再結晶化熱処理の有無 |
|-----------|----|------------|-----|-----|-----|------|-----|------|--------|---------|------------|
| | | Nb | V | Ti | Zr | Ni | Pt | W | Al+不純物 | | |
| 本発明ターゲット材 | 1 | 5.2 | - | - | - | - | - | - | 残 | 有り | 有り |
| | 2 | - | 7.2 | - | - | - | - | - | 残 | 有り | 有り |
| | 3 | - | - | 1.1 | - | - | - | - | 残 | 有り | 有り |
| | 4 | - | - | - | 2.5 | - | - | - | 残 | 有り | 有り |
| | 5 | - | - | - | - | 16.4 | - | - | 残 | 有り | 有り |
| | 6 | - | - | - | - | - | 1.3 | - | 残 | 有り | 有り |
| | 7 | - | - | - | - | - | - | 10.3 | 残 | 有り | 有り |
| | 8 | 0.5 | 0.6 | - | - | - | - | - | 残 | 有り | 有り |
| | 9 | 15.3 | - | 3.2 | - | - | - | - | 残 | 有り | 有り |
| | 10 | 2.5 | - | - | 0.3 | - | - | - | 残 | 有り | 有り |

【0010】

【表2】

| 種 別 | | 成 分 組 成 (重量%) | | | | | | | | 熱間圧延 の有無 | 再結晶化 熱処理の 有無 |
|---|----|---------------|------|------|-----|-----|-----|-----|--------|-------------|--------------------|
| | | Nb | V | Ti | Zr | Ni | Pt | W | Al+不純物 | | |
| 本 発 明 タ ー ゲ ッ ト 材 | 11 | 8.3 | - | - | - | 2.4 | - | - | 残 | 有り | 有り |
| | 12 | 11.3 | - | - | - | - | 1.1 | - | 残 | 有り | 有り |
| | 13 | 1.2 | - | - | - | - | - | 0.8 | 残 | 有り | 有り |
| | 14 | - | 3.2 | 9.4 | - | - | - | - | 残 | 有り | 有り |
| | 15 | - | 1.2 | - | 6.8 | - | - | - | 残 | 有り | 有り |
| | 16 | - | 12.6 | - | - | 1.8 | - | - | 残 | 有り | 有り |
| | 17 | - | 6.2 | - | - | - | 0.3 | - | 残 | 有り | 有り |
| | 18 | - | 0.9 | - | - | - | - | 0.6 | 残 | 有り | 有り |
| | 19 | - | - | 15.8 | 1.3 | - | - | - | 残 | 有り | 有り |
| | 20 | - | - | 0.4 | - | 0.9 | - | - | 残 | 有り | 有り |

【0011】

【表3】

| 種 別 | | 成 分 組 成 (重量%) | | | | | | | | 熱間圧延 の有無 | 再結晶化 熱処理の 有無 |
|---|----|---------------|-----|-----|------|------|------|-----|--------|-------------|--------------------|
| | | Nb | V | Ti | Zr | Ni | Pt | W | Al+不純物 | | |
| 本 発 明 タ ー ゲ ッ ト 材 | 21 | - | - | 4.3 | - | - | 14.4 | - | 残 | 有り | 有り |
| | 22 | - | - | 2.3 | - | - | - | 9.6 | 残 | 有り | 有り |
| | 23 | - | - | - | 0.3 | 0.8 | - | - | 残 | 有り | 有り |
| | 24 | - | - | - | 16.4 | - | 2.1 | - | 残 | 有り | 有り |
| | 25 | - | - | - | 10.2 | - | - | 2.6 | 残 | 有り | 有り |
| | 26 | - | - | - | - | 17.2 | 1.2 | - | 残 | 有り | 有り |
| | 27 | - | - | - | - | 8.3 | - | 1.5 | 残 | 有り | 有り |
| | 28 | - | - | - | - | - | 7.5 | 6.2 | 残 | 有り | 有り |
| | 29 | 0.5 | 0.8 | - | - | 1.2 | - | - | 残 | 有り | 有り |
| | 30 | - | - | 4.1 | 2.6 | - | 2.8 | 1.3 | 残 | 有り | 有り |

【0012】

【表4】

| 種 別 | 成 分 組 成 (重量%) | | | | | | | | 熱間圧延 の有無 | 再結晶化 熱処理の 有無 |
|--------------------------------------|---------------|----------------|----|----|----|----|---|--------|-------------|--------------------|
| | Nb | V | Ti | Zr | Ni | Pt | W | Al+不純物 | | |
| 従 来 タ ー ゲ ッ ト 材 | 1 | 本発明ターゲット材1に同じ | | | | | | | なし | なし |
| | 2 | 本発明ターゲット材4に同じ | | | | | | | なし | なし |
| | 3 | 本発明ターゲット材7に同じ | | | | | | | なし | なし |
| | 4 | 本発明ターゲット材14に同じ | | | | | | | なし | なし |
| | 5 | 本発明ターゲット材19に同じ | | | | | | | なし | なし |
| | 6 | 本発明ターゲット材24に同じ | | | | | | | なし | なし |
| | 7 | 本発明ターゲット材26に同じ | | | | | | | なし | なし |
| | 8 | 本発明ターゲット材28に同じ | | | | | | | なし | なし |
| | 9 | 本発明ターゲット材29に同じ | | | | | | | なし | なし |
| | 10 | 本発明ターゲット材30に同じ | | | | | | | なし | なし |

【0013】

【表5】

| 種 別 | | 全 属 固 化 合 物 | | | 素 地 の 結 晶 粒 | | | 再 製 | | | |
|---|----|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|--------------------|---------------------|------|------|
| | | 平均粒径 (μm) | 最大粒径 (μm) | 最小粒径 (μm) | 平均粒径 (μm) | 最大粒径 (μm) | 最小粒径 (μm) | パーティ クル数 (個) | 合 金 成 分 含 有 量 (重量%) | | |
| | | | | | | | | | 平均値 | 最高値 | 最低値 |
| 本 発 明 タ ー ゲ ッ ト 材 | 1 | 16 | 23 | 9 | 15 | 20 | 11 | 3 | 5.0 | 5.2 | 4.8 |
| | 2 | 18 | 25 | 11 | 12 | 17 | 9 | 4 | 7.0 | 7.3 | 6.7 |
| | 3 | 14 | 19 | 10 | 16 | 21 | 11 | 4 | 0.8 | 0.9 | 0.7 |
| | 4 | 16 | 21 | 10 | 16 | 20 | 11 | 3 | 2.3 | 2.5 | 2.2 |
| | 5 | 21 | 28 | 13 | 11 | 16 | 8 | 5 | 16.6 | 17.0 | 16.1 |
| | 6 | 14 | 20 | 10 | 16 | 21 | 11 | 4 | 2.0 | 2.1 | 1.9 |
| | 7 | 18 | 24 | 11 | 13 | 17 | 9 | 4 | 10.1 | 10.4 | 9.8 |
| | 8 | 14 | 19 | 10 | 15 | 21 | 11 | 4 | 0.9 | 1.1 | 0.7 |
| | 9 | 27 | 35 | 16 | 8 | 11 | 5 | 6 | 17.9 | 18.3 | 17.4 |
| | 10 | 17 | 24 | 10 | 13 | 18 | 10 | 3 | 2.5 | 2.7 | 2.3 |

【0014】

【表6】

| 種 別 | | 金 属 間 化 合 物 | | | 素 地 の 結 晶 粒 | | | 薄 膜 | | | |
|---|----|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|----------------|--------------|------|------|
| | | 平均粒径 | 最大粒径 | 最小粒径 | 平均粒径 | 最大粒径 | 最小粒径 | パーティクル数 (個) | 合金成分含有量(重量%) | | |
| | | (μm) | (μm) | (μm) | (μm) | (μm) | (μm) | | 平均値 | 最高値 | 最低値 |
| 本 発 明 タ ー ゲ ッ ト 材 | 11 | 18 | 24 | 11 | 12 | 18 | 9 | 4 | 10.7 | 11.1 | 10.1 |
| | 12 | 20 | 27 | 12 | 11 | 16 | 8 | 5 | 12.4 | 12.8 | 12.0 |
| | 13 | 14 | 19 | 10 | 16 | 21 | 11 | 4 | 1.7 | 1.8 | 1.6 |
| | 14 | 21 | 28 | 13 | 11 | 16 | 8 | 5 | 12.1 | 12.5 | 11.7 |
| | 15 | 15 | 22 | 10 | 11 | 15 | 7 | 3 | 7.6 | 7.9 | 7.3 |
| | 16 | 20 | 28 | 12 | 12 | 17 | 8 | 5 | 14.4 | 14.8 | 14.0 |
| | 17 | 16 | 23 | 10 | 15 | 21 | 11 | 3 | 6.4 | 6.8 | 6.2 |
| | 18 | 15 | 19 | 11 | 16 | 21 | 11 | 4 | 1.2 | 1.3 | 1.1 |
| | 19 | 27 | 35 | 16 | 8 | 11 | 5 | 6 | 15.6 | 17.0 | 15.1 |
| | 20 | 15 | 20 | 11 | 16 | 21 | 11 | 4 | 1.4 | 1.5 | 1.3 |

【0015】

【表7】

| 種 別 | | 金 属 間 化 合 物 | | | 素 地 の 結 晶 粒 | | | 薄 膜 | | | |
|---|----|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|----------------|--------------|------|------|
| | | 平均粒径 | 最大粒径 | 最小粒径 | 平均粒径 | 最大粒径 | 最小粒径 | パーティクル数 (個) | 合金成分含有量(重量%) | | |
| | | (μm) | (μm) | (μm) | (μm) | (μm) | (μm) | | 平均値 | 最高値 | 最低値 |
| 本 発 明 タ ー ゲ ッ ト 材 | 21 | 26 | 34 | 15 | 9 | 12 | 6 | 6 | 18.7 | 19.1 | 18.4 |
| | 22 | 20 | 27 | 12 | 11 | 16 | 8 | 5 | 11.5 | 11.9 | 11.1 |
| | 23 | 14 | 19 | 10 | 16 | 21 | 11 | 4 | 1.2 | 1.3 | 1.1 |
| | 24 | 23 | 34 | 16 | 7 | 11 | 6 | 5 | 18.5 | 18.8 | 18.1 |
| | 25 | 20 | 27 | 12 | 11 | 16 | 8 | 5 | 12.4 | 12.7 | 12.1 |
| | 26 | 26 | 33 | 15 | 8 | 11 | 5 | 6 | 18.8 | 19.1 | 18.5 |
| | 27 | 18 | 25 | 11 | 12 | 18 | 9 | 4 | 9.8 | 10.0 | 9.5 |
| | 28 | 21 | 28 | 13 | 11 | 16 | 8 | 5 | 13.7 | 14.1 | 13.4 |
| | 29 | 15 | 20 | 10 | 15 | 21 | 11 | 3 | 2.5 | 2.7 | 2.3 |
| | 30 | 24 | 32 | 17 | 15 | 20 | 10 | 3 | 10.5 | 10.8 | 10.1 |

【0016】

【表8】

| 種 別 | | 金 属 間 化 合 物 | | | 素 地 の 結 晶 粒 | | | 薄 膜 | | | |
|--------------------------------------|----|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|--------------------|--------------|------|------|
| | | 平均粒径 (μm) | 最大粒径 (μm) | 最小粒径 (μm) | 平均粒径 (μm) | 最大粒径 (μm) | 最小粒径 (μm) | パーティ クル数 (個) | 合金成分含有量(重量%) | | |
| | | | | | | | | | 平均値 | 最高値 | 最低値 |
| 従 来 タ ー ゲ ッ ト 材 | 1 | 83 | 105 | 63 | 69 | 93 | 50 | 39 | 5.1 | 5.7 | 4.5 |
| | 2 | 72 | 91 | 52 | 82 | 108 | 61 | 34 | 2.2 | 2.7 | 1.8 |
| | 3 | 104 | 131 | 81 | 55 | 72 | 37 | 45 | 10.0 | 10.9 | 9.2 |
| | 4 | 142 | 173 | 101 | 49 | 63 | 31 | 49 | 11.9 | 13.1 | 10.7 |
| | 5 | 182 | 225 | 130 | 37 | 49 | 27 | 50 | 16.4 | 18.0 | 15.1 |
| | 6 | 191 | 232 | 138 | 36 | 45 | 23 | 52 | 18.4 | 19.5 | 17.4 |
| | 7 | 189 | 229 | 136 | 38 | 47 | 25 | 48 | 18.8 | 19.8 | 17.8 |
| | 8 | 138 | 167 | 95 | 43 | 59 | 27 | 42 | 13.7 | 14.8 | 12.5 |
| | 9 | 71 | 90 | 51 | 80 | 106 | 58 | 32 | 2.4 | 3.0 | 1.8 |
| | 10 | 103 | 129 | 78 | 53 | 70 | 35 | 42 | 10.4 | 11.8 | 9.6 |

【0017】

【発明の効果】表1～8に示される結果から、本発明ターゲット材1～30は、いずれも金属間化合物および素地の結晶粒が平均粒径で30 μm 以下の微細組織を有し、かつピンホールや樹枝状組織がほとんど存在しないことから、スパッタ中に異常放電が発生することなく、成膜面積が上記の通り大きいにもかかわらず、パーティクル数がきわめて少なく、合金成分含有量の経時的バラツキも著しく小さい薄膜を形成することができるのに対して、従来ターゲット材1～10では、金属間化合物および素地の結晶粒が相対的に粗粒で、粒径のバラツ

キも大きく、さらに鑄造組織をもつことから、ピンホールおよび樹枝状組織が存在し、これらが原因でスパッタ中に異常放電が発生するのが避けられず、このため形成された薄膜中にはパーティクルが多く発生し、かつ合金成分含有量の経時的バラツキも相対的に大きなものとなることが明らかである。上述のように、この発明のスパッタリングターゲット材によれば、広い成膜面積は勿論のこと、高速成膜でもパーティクル発生がきわめて少なく、かつ合金成分含有量の経時的バラツキの著しく小さい薄膜を形成することができるなど工業上有用な効果をもたらされるのである。

PARTIAL TRANSLATION OF JAPANESE UNEXAMINED PATENT PUBLICATION
(KOKAI) NO. 8-100255

Title of the Invention: Sputtering Target Material for
Forming Thin Film of Thin Film
Transistor

Publication Date: April 16, 1996

Patent Application No.: 6-261229

Filing Date: September 30, 1994

Applicants: MITSUBISHI MATERIAL CORP.

| 種別 | 成分組成 (重量%) (wt%) | | | | | | | 熱間圧延の有無 | 再結晶化熱処理の有無 |
|----|------------------|-----|-----|-----|------|-----|------|---------|------------|
| | Nb | V | Ti | Zr | Ni | Pi | W | | |
| 1 | 5.2 | - | - | - | - | - | - | yes | yes |
| 2 | - | 7.2 | - | - | - | - | - | yes | yes |
| 3 | - | - | 1.1 | - | - | - | - | yes | yes |
| 4 | - | - | - | 2.5 | - | - | - | yes | yes |
| 5 | - | - | - | - | 16.4 | - | - | yes | yes |
| 6 | - | - | - | - | - | 1.8 | - | yes | yes |
| 7 | - | - | - | - | - | - | 10.3 | yes | yes |
| 8 | 0.5 | 0.6 | - | - | - | - | - | yes | yes |
| 9 | 15.3 | - | 3.2 | - | - | - | - | yes | yes |
| 10 | 2.5 | - | - | 0.3 | - | - | - | yes | yes |

1: Classification

2: Target

3: Chemical composition (wt %)

4: Al + impurities

5: Hot rolling

6: Heat treatment of recrystallization

Table 1

Reference ?

| No. | Nb | V | Ti | Zr | Ni | P (wt%) | W | Al + impurities | Heat treatment の有無 | Recrystallization の有無 |
|-----|------|------|------|-----|-----|---------|-----|-----------------|-----------------------|--------------------------|
| | | | | | | | | | | |
| 11 | 8.3 | - | - | - | 2.4 | - | - | yes | yes | yes |
| 12 | 11.3 | - | - | - | - | 1.1 | - | yes | yes | yes |
| 13 | 1.2 | - | - | - | - | - | 0.8 | yes | yes | yes |
| 14 | - | 3.2 | 9.4 | - | - | - | - | yes | yes | yes |
| 15 | - | 1.2 | - | 6.8 | - | - | - | yes | yes | yes |
| 16 | - | 12.6 | - | - | 1.8 | - | - | yes | yes | yes |
| 17 | - | 6.2 | - | - | - | 0.3 | - | yes | yes | yes |
| 18 | - | 0.9 | - | - | - | - | 0.6 | yes | yes | yes |
| 19 | - | - | 15.8 | 1.3 | - | - | - | yes | yes | yes |
| 20 | - | - | 0.4 | - | 0.9 | - | - | yes | yes | yes |

Table 2

Reference 7

- 1: classification
- 2: Target
(the present invention)
- 3: Chemical composition
(wt%)
- 4: Al + impurities
- 5: Hot rolling
- 6: Heat treatment of
recrystallization

| 重 別 | 成 分 組 成 (wt%) (重量%) | | | | | | | 熱間圧延の有無 | 再結晶化熱処理の有無 |
|-----|---------------------|-----|-----|------|------|------|-----|---------|------------|
| | Nb | V | Ti | Zr | NI | Pi | W | | |
| 21 | - | - | 4.3 | - | - | 14.4 | - | yes | yes |
| 22 | - | - | 2.3 | - | - | - | 9.6 | yes | yes |
| 23 | - | - | - | 0.3 | 0.8 | - | - | yes | yes |
| 24 | - | - | - | 16.4 | - | 2.1 | - | yes | yes |
| 25 | - | - | - | 10.2 | - | - | 2.6 | yes | yes |
| 26 | - | - | - | - | 17.2 | 1.2 | - | yes | yes |
| 27 | - | - | - | - | 8.3 | - | 1.5 | yes | yes |
| 28 | - | - | - | - | - | 7.5 | 6.2 | yes | yes |
| 29 | 0.5 | 0.8 | - | - | 1.2 | - | - | yes | yes |
| 30 | - | - | 4.1 | 2.6 | - | 2.8 | 1.3 | yes | yes |

- 1: Classification
- 2: Target
(the present invention)
- 3: Chemical composition
(wt%)
- 4: Al + impurities
- 5: Hot rolling
- 6: Heat treatment & recrystallization

Table 3
Reference 7

| 選別 | 成分組成 (wt%) (重量%) | | | | | | | 熱間圧延の有無 | 再結晶化熱処理の有無 | |
|----|------------------|---|----|----|----|----|---|---------------------------------------|------------|-----|
| | Nb | V | Ti | Zr | Ni | Pi | W | | | |
| 1 | 本発明ターゲット材 1 に同じ | | | | | | | same content as the present target 1 | yes | yes |
| 2 | 本発明ターゲット材 4 に同じ | | | | | | | same content as the present target 4 | yes | yes |
| 3 | 本発明ターゲット材 7 に同じ | | | | | | | same content as the present target 7 | yes | yes |
| 4 | 本発明ターゲット材 14 に同じ | | | | | | | same content as the present target 14 | yes | yes |
| 5 | 本発明ターゲット材 19 に同じ | | | | | | | same content as the present target 19 | yes | yes |
| 6 | 本発明ターゲット材 24 に同じ | | | | | | | same content as the present target 24 | yes | yes |
| 7 | 本発明ターゲット材 26 に同じ | | | | | | | same content as the present target 26 | yes | yes |
| 8 | 本発明ターゲット材 28 に同じ | | | | | | | same content as the present target 28 | yes | yes |
| 9 | 本発明ターゲット材 29 に同じ | | | | | | | same content as the present target 29 | yes | yes |
| 10 | 本発明ターゲット材 30 に同じ | | | | | | | same content as the present target 30 | yes | yes |

Table 4

Reference 17

- 1: Classification
- 2: Target (prior art)
- 3: Chemical composition (wt%)
- 4: Al + impurities
- 5: Hot rolling
- 6: Heat treatment of recrystallization

| 種別 | 金属間化合物 | | | 炭素の結晶粒 | | | パーテクトル数 (個) | 合金成分含有量(重量%) | | | |
|--|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|----------------|--------------|------|------|------|
| | 平均粒径 (μm) | 最大粒径 (μm) | 最小粒径 (μm) | 平均粒径 (μm) | 最大粒径 (μm) | 最小粒径 (μm) | | 平均値 | 最高値 | 最低値 | |
| | | | | | | | | | | | |
| 本奥明 タ × 1 ゲ 7 ト 相 | 1 | 16 | 23 | 9 | 15 | 20 | 11 | 3 | 5.0 | 5.2 | 4.8 |
| | 2 | 18 | 25 | 11 | 12 | 17 | 9 | 4 | 7.0 | 7.3 | 6.7 |
| | 3 | 14 | 19 | 10 | 16 | 21 | 11 | 4 | 0.8 | 0.9 | 0.7 |
| | 4 | 16 | 21 | 10 | 16 | 20 | 11 | 3 | 2.3 | 2.5 | 2.2 |
| | 5 | 21 | 28 | 13 | 11 | 16 | 8 | 5 | 16.6 | 17.0 | 16.1 |
| | 6 | 14 | 20 | 10 | 16 | 21 | 11 | 4 | 2.0 | 2.1 | 1.9 |
| | 7 | 18 | 24 | 11 | 13 | 17 | 9 | 4 | 10.1 | 10.4 | 9.8 |
| | 8 | 14 | 19 | 10 | 15 | 21 | 11 | 4 | 0.9 | 1.1 | 0.7 |
| | 9 | 27 | 35 | 16 | 8 | 11 | 5 | 6 | 17.9 | 18.3 | 17.4 |
| | 10 | 17 | 24 | 10 | 13 | 18 | 10 | 3 | 2.5 | 2.7 | 2.3 |

Table 5
Reference 7

- 1: Classification
- 2: Target (the present invention)
- 3: Intermetallic compound
- 4: Substrate
- 5: Thin film
- 6: Number of particles
- 7: Alloy content (wt%)
- 8: Average grain size (μm)
- 9: Max. grain size (μm)
- 10: Min. grain size (μm)

| 分類 | 金属間化合物 | | | 素地の結晶粒 | | 平均粒径 (μm) | 合金成分含有量 (重量%) | 最高値 | 最低値 |
|----|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|---------------|------|------|
| | 平均粒径 (μm) | 最大粒径 (μm) | 最小粒径 (μm) | 平均粒径 (μm) | 最大粒径 (μm) | | | | |
| 11 | 18 | 24 | 11 | 12 | 18 | 9 | 10.7 | 11.1 | 10.1 |
| 12 | 20 | 27 | 12 | 11 | 16 | 8 | 12.4 | 12.8 | 12.0 |
| 13 | 14 | 19 | 10 | 16 | 21 | 11 | 1.7 | 1.8 | 1.6 |
| 14 | 21 | 28 | 13 | 11 | 16 | 8 | 12.1 | 12.5 | 11.7 |
| 15 | 15 | 22 | 10 | 11 | 15 | 7 | 7.6 | 7.9 | 7.3 |
| 16 | 20 | 28 | 12 | 12 | 17 | 8 | 14.4 | 14.8 | 14.0 |
| 17 | 16 | 23 | 10 | 15 | 21 | 11 | 6.4 | 6.6 | 6.2 |
| 18 | 15 | 19 | 11 | 16 | 21 | 11 | 1.2 | 1.3 | 1.1 |
| 19 | 27 | 35 | 16 | 8 | 11 | 5 | 16.6 | 17.0 | 16.1 |
| 20 | 15 | 20 | 11 | 18 | 21 | 11 | 1.4 | 1.5 | 1.3 |

- 1: Classification
- 2: Target
(the present invention)
- 3: Intermetallic compound
- 4: Substrate
- 5: Thin film
- 6: Number of particles
- 7: Alloy content (wt%)
- 8: Average grain size (μm)
- 9: Max. grain size (μm)
- 10: Min. grain size (μm)

Table 6

Reference 7

| 種別 | 金属間化合物 | | | 素地の結晶粒 | | | 平均値 | 最高値 | 最低値 |
|----|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|------|------|------|
| | 平均粒径 (μm) | 最大粒径 (μm) | 最小粒径 (μm) | 平均粒径 (μm) | 最大粒径 (μm) | 最小粒径 (μm) | | | |
| 21 | 26 | 34 | 15 | 9 | 12 | 6 | 18.7 | 19.1 | 18.4 |
| 22 | 20 | 27 | 12 | 11 | 16 | 8 | 11.5 | 11.9 | 11.1 |
| 23 | 14 | 19 | 10 | 16 | 21 | 11 | 1.2 | 1.3 | 1.1 |
| 24 | 28 | 34 | 16 | 7 | 11 | 6 | 18.5 | 18.8 | 18.1 |
| 25 | 20 | 27 | 12 | 11 | 16 | 8 | 12.4 | 12.7 | 12.1 |
| 26 | 26 | 33 | 15 | 8 | 11 | 5 | 18.8 | 19.1 | 18.5 |
| 27 | 18 | 25 | 11 | 12 | 18 | 9 | 9.8 | 10.0 | 9.5 |
| 28 | 21 | 28 | 13 | 11 | 16 | 8 | 13.7 | 14.1 | 13.4 |
| 29 | 15 | 20 | 10 | 15 | 21 | 11 | 2.5 | 2.7 | 2.3 |
| 30 | 24 | 32 | 17 | 15 | 20 | 10 | 10.5 | 10.8 | 10.1 |

Table 7
Reference 7

- 1: Classification
- 2: Target
(the present invention)
- 3: Intermetallic compound
- 4: Substrate
- 5: Thin film
- 6: Number of particles
- 7: Alloy content (wt%)
- 8: Average grain size (μm)
- 9: Max. grain size (μm)
- 10: Min. grain size (μm)

| 種別 | 金属間化合物 | | | 素地の結晶粒 | 薄層 | 膜 | | | | | |
|------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|--------|----|-----|----|----|------|------|------|
| | 平均粒径 (μm) | 最大粒径 (μm) | 最小粒径 (μm) | | | | | | | | |
| | 平均粒径 (μm) | 最大粒径 (μm) | 最小粒径 (μm) | | | | | | | | |
| 従来材料 | 1 | 83 | 105 | 63 | 69 | 93 | 50 | 39 | 5.1 | 5.7 | 4.5 |
| | 2 | 72 | 91 | 52 | 82 | 108 | 61 | 34 | 2.2 | 2.7 | 1.8 |
| | 3 | 104 | 131 | 81 | 55 | 72 | 37 | 45 | 10.0 | 10.9 | 9.2 |
| | 4 | 142 | 173 | 101 | 49 | 63 | 31 | 49 | 11.9 | 13.1 | 10.7 |
| | 5 | 182 | 225 | 130 | 37 | 49 | 27 | 50 | 16.4 | 18.0 | 15.1 |
| | 6 | 191 | 232 | 138 | 36 | 45 | 23 | 52 | 18.4 | 19.5 | 17.4 |
| | 7 | 189 | 229 | 136 | 38 | 47 | 25 | 48 | 18.8 | 19.8 | 17.8 |
| | 8 | 138 | 167 | 95 | 43 | 59 | 27 | 42 | 13.7 | 14.8 | 12.5 |
| | 9 | 71 | 90 | 51 | 80 | 106 | 58 | 32 | 2.4 | 3.0 | 1.8 |
| | 10 | 103 | 129 | 78 | 53 | 70 | 35 | 42 | 10.4 | 11.8 | 9.6 |

Table 8
Reference 7

- 1: Classification
- 2: Target (prior art)
- 3: Intermetallic compound
- 4: Substrate
- 5: Thin film
- 6: The number of particles
- 7: Alloy content (wt%)
- 8: Average grain size (μm)
- 9: Max. grain size (μm)
- 10: Min. grain size (μm)



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 08100255 A

(43) Date of publication of application: 16 . 04 . 96

(51) Int. Cl.

C23C 14/34

C22C 21/00

H01L 29/40

H01L 29/43

(21) Application number: 06261229

(22) Date of filing: 30 . 09 . 94

(71) Applicant: MITSUBISHI MATERIALS CORP

(72) Inventor: KINOSHITA MAKOTO

(54) SPUTTERING TARGET MATERIAL FOR
FORMING THIN FILM OF THIN FILM
TRANSISTOR

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain a sputtering target material generating a small number of particles and capable of forming a thin film less liable to cause unevenness in the alloying component content with the lapse of time.

CONSTITUTION: This sputtering target material has a

compsn. consisting of 1-20wt.% one or more kinds of alloying components selected from among Nb, V, Ti, Zr, Ni, Pt and W and the balance Al with inevitable impurities and a recrystallized structure contg. an intermetallic compd. of Al with the alloying components dispersed as particles of $\leq 30\mu\text{m}$ average particle diameter in the matrix of $\leq 30\mu\text{m}$ average grain diameter. This target material can suppress the generation of particles during film formation.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO